

総括研究報告書

1. 研究開発課題名：化粧品中の微量不純物の分析法と実態調査に関する研究
2. 研究開発代表者： 秋山卓美（国立医薬品食品衛生研究所生活衛生化学部）
3. 研究開発の成果

日米欧カナダブラジルの化粧品規制当局及び業界団体から成る化粧品規制協力国際会議（ICCR）の微量汚染物ワーキンググループでは、リスクアセスメント及び品質管理の点から最終製品中の不純物の許容限度値について議論を進めており、現在、鉛、1,4-ジオキサン及び水銀（Hg）が検討されている。日本においては、これまで原料の品質管理がされていたが、国際的な対応のため今後は最終製品での品質確保が求められることになり、最終製品の分析法の開発や規制設定の根拠となるデータ収集を行う必要が出てきた。本研究は、ICCR の情報収集をするとともに、そこで検討されている物質の規制を念頭に入れた分析法を開発し実態調査をすることとした。

平成 25 年度はポリオキシエチレン系界面活性剤の製造過程で副生成する物質 1,4-ジオキサンについて検討した。これまで日本市場製品の分析例はほとんどなかったが、ヘッドスペース-GC/MS による界面活性剤を配合する製品中の 1,4-ジオキサンの分析法を開発した。施設間共同試験を行い、その精度と頑健性を確認した。シャンプー等製品中の 1,4-ジオキサン含有量はポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸塩の配合量に関係することがわかった。

重金属のうち Hg に関して、分析法と実態調査について文献調査を行い、ICP 等による分析法の例や口紅やハーブ化粧品で Hg が検出される事例が認められた。

平成 26 年度は各種界面活性剤原料及びシャンプー製品中の 1,4-ジオキサンの実態調査を行った。1,4-ジオキサン濃度が 25 $\mu\text{g/g}$ を超える原料及び 10 $\mu\text{g/g}$ を超えるシャンプーが認められた。1,4-ジオキサンが定量された製品はラウレス硫酸 Na とラウレス硫酸アンモニウムが主成分となっており、定量限界以下の製品には別の界面活性剤が使われていた。1,4-ジオキサンの濃度は、原料の濃度や配合量から想定される範囲であった。界面活性剤原料の品質向上が市販製品の安全性確保に重要と考えられた。

化粧品中の重金属の定量法として、Hg を対象に、試料を硝酸溶液と混合して試験溶液を調製し ICP 発光分析を行う方法の適用可能性を検討した。Hg の検出は可能であったが、製品によっては Hg の発光強度が増強され、正確な定量が妨害される場合があった。このことから、本試験法を多くの化粧品に応用するには標準添加法によって定量することが必要なことがわかった。

平成 27 年度は ISO に提案されたジエタノールアミン（DEA）の GC-MS 試験法の妥当性を評価した。6 機関中 2 機関では、マスクロマトグラム上に DEA ではなく、DEA 由来物質のピークが主として認められた。GC 注入口温度を下げる则该ピークが小さくなり、DEA のピークが大きくなることから、DEA の熱分解生成物と考えられた。この DEA 由来物質は、DEA をメタノール等で調製して測定した際に認められ、エタノールで標準溶液を調製した場合にはほとんど認めなかった。それぞれの機関で GC-MS 条件の最適化を行ったが、ピークのテーリングや、低濃度域でのピーク面積値のバラツキが大きかった。

製品中の金属不純物について、多検体を簡単に測定できるスクリーニング試験法を検討した。経口摂取が想定される化粧品として口紅中の鉛を想定し、蛍光 X 線分析装置の適用可能性を調べた。口紅に種々の濃度の鉛を添加したとき 10 ppm が定量限界であり、添加量よりも低い値であった。また、ICP 発光分析によりカドミウム（Cd）及びヒ素（As）について個別定量する分析法の開発を行った。硝酸溶液と混合する簡便な方法を用いて調製した検液について検討し、Cd については直接導入して分析することにより、As については水素化物発生装置を用いることにより十分な定量限界が得られた。化粧水を試料として用いた添加回収率は良好であった。製品中の Cd および As 含量を検討し、いずれの製品についても定量限界以下という結果を得た。